

SERIE A, N° 985
N° D'ORDRE
1010

THÈSES

PRÉSENTÉES

A LA FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ
DE PARIS

POUR OBTENIR

LE TITRE DE DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ
(Mention Sciences)

PAR

Visvanatha PREMANAND

1^{re} Thèse

RÉALISATION D'UN MICROSCOPE ÉLECTROSTATIQUE A MIROIR.

2^e Thèse

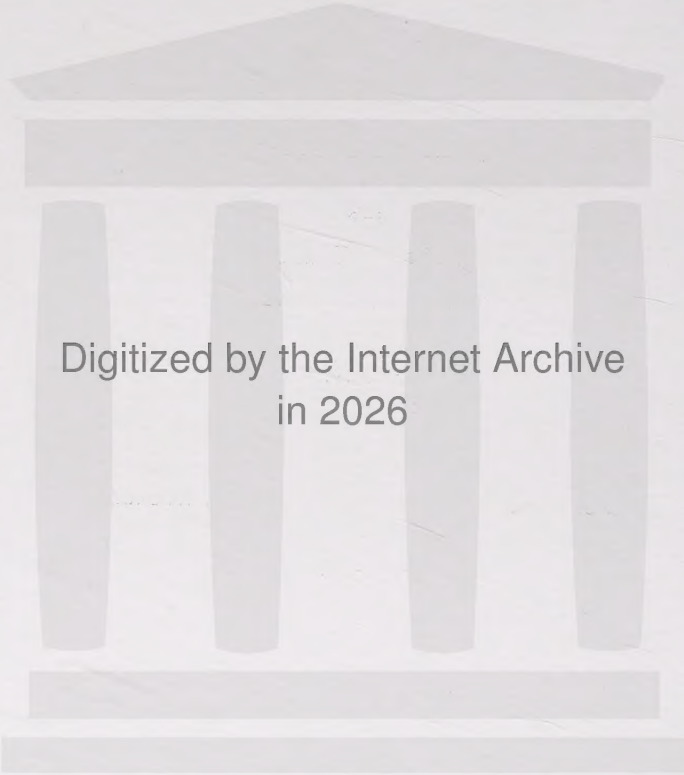
PROPOSITIONS DONNÉES PAR LA FACULTÉ

Soutenues le 9 Juillet 1962 devant la Commission d'examen.

MM. GRIVET.....	Président.
BERTEIN.....	} Examinateurs.
BLAQUIERE.....	
SEPTIER.....	(Invité)

PARIS

1962



Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41552208_0086

SERIE A, N° 985

N° D'ORDRE

1010

THÈSES

PRÉSENTÉES

A LA FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ
DE PARIS

POUR OBTENIR

LE TITRE DE DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ
(Mention Sciences)

PAR

Visvanatha PREMANAND

1^{re} Thèse

RÉALISATION D'UN MICROSCOPE ÉLECTROSTATIQUE A MIROIR.

2^e Thèse

PROPOSITIONS DONNÉES PAR LA FACULTÉ

Soutenues le 9 Juillet 1962 devant la Commission d'examen.

MM. GRIVET.....	<i>Président.</i>
BERTEIN.....	} <i>Examineurs.</i>
BLAQUIERE.....	
SEPTIER.....	<i>(Invité)</i>

PARIS

1962



(Janvier 1962)

FACULTE DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ
DE PARIS

— PROFESSEURS

Doyen M. ZAMANSKY.

G. JULIA	T	Analyse supérieure et Algèbre supérieure
DE BROGLIE	T	Théories physiques
PRENANT	T	Anatomie et Histologie comparées
GRASSÉ	T	Evolution des êtres organisés
PREVOST	T	Chimie organique
CHAUDRON	T	Chimie appliquée
WYART	T	Minéralogie et Cristal.
TEISSIER	T	Zoologie
MANGENOT	T	Biologie Vég. (Orsay)
AUGER	T	Physique quantique et Relativité
MONNIER	T	Physiologie Générale
PIVETEAU	T	Paléontologie
ROCARD	T	Physique (E..N. S.)
CARTAN	T	Mathématiques (E. N. S.)
LAFFITTE	T	Chimie générale
FAVARD	T	Géométrie supérieure
COULOMB	T	Physique du Globe
Mle COUSIN	T	Biologie Animale (S.P.C.N.)
CHRETIEN	T	Chimie minérale
DRACH	T	Zoologie
KASTLER	T	Physique (E. N. S.)
EPHRUSSI	T	Génétique
RIVIERE	T	Géologie (S.P.C.N.) et sédim.
GAUTHERET	T	Biologie Vég. (P. C. B.)
LUCAS R.	T	Recherches Physiques
THOMAS 'A.	T	Biologie cellulaire
ARNULF	T	Optique appliquée
MORAND	T	Physique Enseignement
SOLEILLET	T	Physique (P. C. B.)
FORTIER	T	Mécanique exp. des Fluides

DANJON	T	Astronomie
PETIT	T	Biologie maritime
QUENEY	T	Météorologie et dynamique atmos- phérique
GALLIEN	T	Embryologie
EICHHORN	T	Botanique
DE CUGNAC	T	Biologie Végétale (S.P.C.N.)
Mle CAUCHOIS	T	Chimie Physique
THELLIER	T	Physique du Globe
L'HERITIER	T	Biologie Générale (Orsay)
GRIVET	T	Radioélectricité (Orsay)
PONCIN	T	Mécanique Générale
DUBREIL	T	Arithmétique et théorie des Nombres
QUELET	T	Chimie Organique
CAGNIARD	T	Géophysique appliquée
CHAMPETIER	T	Chimie macromoléculaire
CUVILLIER	T	Micropaléontologie
JUNG	T	Pétrographie
TRILLAT	T	Microscopie et diffraction électronique
WIEMANN	T	Chimie organique et struc.
JACQUINOT	T	Spectroscopie et physique céleste (Orsay)
VASSY	T	Physique de l'atmosphère
DESTOUCHES	T	Théories Physiques
AMIEL	T	Chimie générale
HOCART	T	Minéralogie et Cristallog.
J. P. MATHIEU	T	Physique (Optique)
COUTEAUX	T	Biologie animale (P. C. B.)
MAY	T	Zoologie (Orsay)
CHOQUET	T	Théorie des fonctions et Topologie
FELDMANN	T	Biologie Végétale marine
GUINIER	T	Physique des Solides (Orsay)
JOST	T	Physiologie comparée
FORTET	T	Calcul des Probabilités et Physique mathématique
SCHWARTZ	T	Calcul diff. et Intégral
CHOUARD	T	Physiologie Végétale
MALAVARD	T	Aviation (Techn. Aéronaut.)
BRELOT	T	Calcul diff. et intégral

NORMANT	T Synthèse organique générale
BENARD	T Chimie Minérale
BUVAT	T Botanique (E. N. S.)
DUGUE	T Statistiques Mathématiques
SOULAIRAC	T Psychophysiologie
ULRICH	T Physiologie Végétale
MARECHAL	T Optique théorique et Appl.
KIRRMANN	T Théories Chimiques
CHADEFAUD	T Botanique
Mle LE BRETON	T Physiologie de la nutri.
SALEM	T Mathématiques générales
LELONG	T Applic. de l'analyse à la géométrie
DEVILLERS	T Anatomie et Histologie Comp.
EHRESMANN	T Topologie Algébrique
FRANCON	T Physique (S.P.C.N.)
GLANGEAUD	T Géographie phys. et Géologie dynamique
GODEMENT	T Mathématiques (M.P.C.)
PISOT	T Tech. Mathém. de la Phys.
ROCH	T Géologie
SCHATZMAN	T Astrophysique
TERMIER	T Paléontologie stratig.
ZAMANSKY	T Mathématiques générales
LENNUIER	T Physique (M.G.P.)
RIZET	T Génétique (Orsay)
ROUTHIER	T Géologie appliquée
Mme TONNELAT	T Physique Théorique
DIXMIER	T Mathématiques (M.P.C.)
SOUCHAY	T Chimie générale
AIGRAIN	T Electrotechnique gén.
BRUSSET	T Chimie systématique
M. LEVY	T Physique théorique des hautes énergies (Orsay)
Mme CHAIX	T Chimie biologique
Mme HUREL-PY	T Biologie Végétale (P.C.B.)
PIAUX	T Chimie (M.P.C.)
BRUN	T Mécan. théorique des Fluides
LEDERER	T Chimie biologique
Mme DUBREIL	T Mathém. (Agrégation)
Mme LELONG	T Mathématiques (E. N. S.)
BELLAIR	T Géologie (S.P.C.N.)

COTTE	T	Physique électricité
DUBOIS J. E.	T	Chimie organique
LAMOTTE	T	Zoologie (E. N. S.)
MICHEL A.	T	Chimie Minérale (Orsay)
OLMER	T	Energétique générale
ROUAULT	T	Electricité (Orsay)
GAUTHIER	T	Mécanique appliquée
BARCHEWITZ	T	Chimie Physique
BROSSEL	T	Physique atomique
BUSER	T	Physiologie comparée
CAMUS	T	Physiologie Vég. (B.M.P.V.)
CASTAING	T	Physique (Orsay)
CURIEN	T	Minéralo. et Cristallog.
MOYSE	T	Physiologie Végé. (Orsay)
NOIROT	T	Evolution des Etres Org.
PANNETIER	T	Chimie générale (Orsay)
POSSOMPES	T	Zoologie
PULLMANN	T	Chimie théorique
TEILLAC	T	Physique Nucl. et Radio-activité
TONNELAT	T	Biologie Physico-chim.
VILLE	T	Econométrie
WILLEMART	T	Chimie (P.C.B.)
DODE	T	Chimie (Orsay)
FREYMANN	T	Recherches Physiques
GUINOCHE	T	Biol. Vég. (S.P.C.N.) (Orsay)
ROLLET	T	Chimie (P. C. B.)
Mle JOSIEN	T	Chimie (S.P.C.N.)
CHEVALLEY	T	Géométrie algébrique et théorie des groupes
ARNOULT	T	Electronique (Orsay)
CHAPELLE	T	Physique (Orsay)
DELANGE	T	Mathématiques (Orsay)
DENY	T	Mathématiques Gén. (Orsay)
GERMAIN	T	Mécan. théor. des fluides
LUCAS G.	T	Géologie
ALLARD	T	Chimie Physique
BERTHELOT	T	Phys. Fondamentale des Hautes Energies (Orsay)
BRICART	T	Météorologie et phys. de l'Atmosphère
Mme ALBE-FESSARD	T	Psychophysiologie

FRIEDEL	T	Physique des Solides (Orsay)
M. JULIA		Etudes des moléculaires naturelles complexes
LENDER	T	Biol. Animale (S.P.C.N.) (Orsay)
MAGAT		Physico-chimie des radio-éléments
Mle QUINTIN	T	Electrochimie
MONOD	T	Chimie du métabolisme
BENOIT	T	Physiol. Anim. (Orsay)
DE POSSEL	T	Analyse numérique
CHARLOT	T	Chimie analytique
HAISSINSKY	T	Radiochimie
LEMEE	T	Physiol. Vég. (B.M.P.V.) (Orsay)
GUERIN	T	Chimie (M.P.C.) (Orsay)
CHATELET M.	T	Chimie (P.C.B.)
JEAN	T	Physique Nucléaire (Orsay)
MATTLER	T	Physique (S.P.C.N.)
MICHEL L.		Phys. Théor. des Htes Energies (Orsay)
BERGERARD	T	Zoologie (Orsay)
BERTEIN	T	Electronique (Orsay)
BOUSSIÉRES	T	Chimie des Radioéléments (Orsay)
Mme COUTURE	T	Thermodynamique et Méc. Physique
ELLENBERGER	T	Géologie appli. s/le terr.
FRANC		Biol. Animale (P.C.B.)
SCHNELL		Botanique tropicale (Orsay)
STOLKOWSKI		Physiologie générale
ACHER		Chimie Biol. (Orsay)
BAUDOIN		Biologie animale (P.C.B.)
BEAUMONT		Biologie animale (S.P.C.N.)
BLAMONT	T	Géophysique Ionosphère
BOURREAU		Botanique
CURIE D.		Physique (M.G.P.)
DURAND-DELGA		Géologie
FREON	T	Chimie organique (Orsay)
HELLER	T	Physiologie végétale
TORTRAT	T	Calcul des Probabilités
CAILLEUX		Géologie (S.P.C.N.)
MAGNAN	T	Physique (S.P.C.N.)

DAUDEL

Mle FOURCROY

Mme CHOQUET-

BRUHAT

Mle VEIL

LWOFF

SIESTRUNCK

LACOMBE

BROCHARD

CABANNES

LESIEUR

MAZET

CAIRE

COMOLET

CORABOEUF

DELLOUE

GORENFLOT

HOULLON

JULLIEN J.

MALGRANGE

OLIVIER

NOZERAN

BLANC-LAPIERRE

CHEVAUGAON

KAHANE

SAMUEL

KOURGANOFF

THIRY

Secrétaire Général

T Mécanique ondulatoire appl. à la
Chim. Théor. et à la Phys.
Nucléaire
Biol. Végétale (S.P.C.N.)

T Méc. Analytique et Méc. céleste
Physiologie Générale

T Microbiologie

T Mécan. Phys. et Expérим.

T Métallur. des métaux Nucl.

T Physique (P.C.B.) (Orsay)

T Mécanique générale

T Mathématiques (M.P.C.) (Orsay)

T Mécanique générale (Orsay)

Géographie phys. et Géol.
Dynamique

T Mécanique des Fluides

Physiologie Animale

Physique de l'exosphère

Botanique II (Orsay)

Biologie Animale (P.C.B.)

Chimie (P.C.B.)

T Tech. Math. de la Phys.
Antropologie

T Botanique II (Orsay)

Physique (E.N.S.) (Orsay)

T Botanique (Orsay)

T Mathématiques (Orsay)

T Mathématiques (E.N.S.) féminines

T Astronomie (Orsay)

T Mécanique céleste

R. POUILLAIN

GÉNÉRALITÉS

D'une façon générale, le microscope est considéré comme un appareil destiné à donner une image agrandie d'un objet qui est trop petit pour être vu à l'oeil nu. Dans les microscopes optiques, on peut avoir des grandissements de 10 jusqu'à 3000.

Dans un microscope électronique, on utilise des électrons au lieu de lumière pour éclairer l'objet. On focalise ce faisceau d'électrons au moyen de lentilles électrostatiques ou électromagnétiques, qui donnent de l'objet des images agrandies. On obtient l'image définitive de l'objet en transformant l'énergie des électrons en lumière visible par impact sur un écran fluorescent. La luminosité locale de l'image dépend de la densité des électrons qui frappent l'écran.

Pour l'étude des métaux, on peut utiliser le microscope à transmission où les électrons traversent un échantillon qui a une très faible épaisseur ou bien le microscope à émission où les électrons sont émis par la surface elle-même ; l'échantillon peut alors être massif.

Dans l'étude que nous avons entreprise nous avons choisi un autre type de microscope : le microscope à miroir où les électrons qui se dirigent vers la surface de l'objet sont réfléchis par une polarisation convenable dans un objectif à immersion qui forme ensuite une image de l'objet étudié, constituant la cathode même de l'objectif.

1 — *Les méthodes d'illumination de l'objet en microscopie électronique*

Dans le microscope optique, l'éclairage de l'objet ne peut être fait que par réflexion ou transmission. Par contre, dans le microscope électronique, nous avons plusieurs méthodes.

1.a — L'objet peut fournir lui-même les électrons qui vont former l'image :

- (a) par émission thermionique, due au chauffage ; l'objet forme alors la cathode même du microscope ;
- (b) par émission photo-électrique due à l'excitation par la lumière visible, l'ultra-violet ou bien les rayons X ;
- (c) par émission secondaire à la suite d'un bombardement électronique ou ionique.

On peut également traiter l'objet avec une couche de Ba ou Cs, et réduire ainsi le travail de sortie de l'objet. Comme auparavant, les électrons pourraient être libérés par émission thermionique, par émission photo-électrique ou par émission secondaire.

1.b — Les électrons qui forment l'image ne sont pas issus de l'objet, mais sont fournis par une cathode placée avant l'objet. Ils peuvent illuminer l'objet par réflexion ou transmission. Quand l'illumination est faite par transmission l'objet doit être une feuille très mince de quelques centaines d'Angströms seulement. Par contre l'observation par réflexion sous un angle d'incidence faible permet d'utiliser des échantillons massifs polis.

2 — *Avantage du microscope électronique sur le microscope optique*

2.a — Avec un microscope électronique à émission chaude nous avons la possibilité d'examiner un grand nombre de surfaces métalliques dans des conditions thermiques spéciales qu'on ne pourrait pas réaliser avec un microscope optique. D'autre part l'examen des surfaces de métaux s'effectue dans un vide poussé, ce qui évite l'oxydation ou d'autres transformations chimiques de la surface. Le désavantage est que seuls les métaux ayant une température de fusion élevée peuvent être étudiés par ce procédé, puisqu'il faut obtenir une émission suffisante.

2.b — Dans le microscope à transmission, on peut également effectuer des observations dans un large domaine de températures, avec des grossissements plus importants que dans le cas précédent.

3 — Limite de résolution du microscope à transmission

Il existe une limite dans la dimension des détails qu'on peut observer avec un microscope optique. Cette limite est imposée par le phénomène de diffraction.

La relation d'Abbé permet de définir la plus petite distance d séparant deux points encore discernables pour une lumière monochromatique de longueur d'onde λ et un objectif d'ouverture numérique $n \sin \alpha$, cette relation est

$$d = \frac{0,61 \lambda}{n \sin \alpha}$$

n est l'indice du milieu séparant l'objet de la lentille frontale de l'objectif et α le demi-angle du cône de lumière qui pénètre dans l'objectif. Avec un microscope en lumière blanche, le pouvoir séparateur serait de $2053 \text{ \AA}$, pour $n \sin \alpha = 1,75$.

Cette limite dans le pouvoir séparateur peut être repoussée si l'on utilise des électrons au lieu de lumière. La longueur d'onde associée à un électron de vitesse v et de masse m est :

$$\lambda = \frac{h}{mv}$$

où h est la constante de Planck. En rattachant la quantité de mouvement à l'énergie potentielle, on trouve :

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2 \text{ meV}}} = \sqrt{\frac{150}{V}}$$

où V est donné en volts et λ en Angströms.

Pour $V = 100.000$ volts, par exemple, on a $\lambda = 0,0387 \text{ \AA}$. En appliquant la relation d'Abbé, au cas du microscope à transmission, on a un pouvoir séparateur de $9,5 \text{ \AA}$ pour $\alpha = 2,4 \times 10^{-3} \text{ rad}$, soit un pouvoir séparateur 200 fois meilleur que celui du microscope optique.

Le pouvoir séparateur réel, qui résulte de la juxtaposition de l'aberration de sphéricité, pour l'angle d'ouverture indiqué, et de l'aberration de diffraction, est de l'ordre de $10 \text{ \AA}$ pour les objectifs magnétiques et de $20 \text{ \AA}$ pour les

objectifs électrostatiques. Les grossissements utiles correspondants sont alors 40.000 diamètres et 20.000 diamètres, ce qui fait finalement un gain en grossissement par rapport au microscope lumineux de 200.

Dans le microscope à émission, comme nous le verrons plus loin, le pouvoir séparateur est encore supérieur à celui du microscope optique, mais nettement inférieur à celui du microscope à transmission. On a pu atteindre $d \leq 1000 \text{ \AA}$.

4 — *Différentes méthodes actuelles d'observation des surfaces métalliques*

- (a) Microscope à réflexion par illumination optique
 - soit magnétique
 - soit électrostatique
- (b) Microscope à émission
 - soit avec système accélérateur et lentilles magnétiques
 - soit avec système entièrement électrostatique

Ces deux procédés ont fait l'objet de nombreuses études.

- (c) Microscope à miroir

C'est ce dernier type de microscope que nous avons choisi pour notre étude.

MICROSCOPE A MIROIR

1 — *Les travaux antérieurs*

Les propriétés optiques fondamentales du miroir électronique sont connues depuis plusieurs années (1). En utilisant un tel miroir comme élément optique, HOTTENROTH (2) a construit un nouveau microscope ayant un pouvoir de résolution comparable à celui du microscope optique classique. Une méthode pour obtenir des images d'un faisceau d'électrons par sa propre charge d'espace a été décrite par MAYER (3). MAHL et Coll. (4) ont démontré aussi que l'emploi du miroir en microscopie électronique donne une image de qualité comparable à celle obtenue en utilisant le microscope optique. Selon la théorie développée par WISKOTT (5), le pouvoir de résolution d'un miroir pourrait encore être amélioré par rapport à ce qui a été obtenu jusqu'à maintenant. Signalons également les travaux de SPIVAK et Coll. (6), ceux, plus récents de BETHGE et Coll. (7) et enfin ceux décrits par BARTZ et Coll. (8).

2 — *Principe du microscope à miroir*

La figure 1 montre le principe de cet appareil. L'objet est placé comme cathode, face à l'anode d'un objectif à immersion à la partie inférieure de l'appareil. L'objectif à immersion a trois électrodes. La cathode, déplaçable verticalement et horizontalement contient l'échantillon. Le wehnelt à faible épaisseur, possède un trou central. Il est relié à la cathode, son potentiel est donc celui de l'objet. La troisième électrode, l'anode, enfin, est reliée à la masse. Elle possède également un trou central comparable à celui du wehnelt.

Un système d'illumination classique (canon à électrons et condenseur), situé à la partie supérieure fournit un faisceau d'électrons accélérés (tension de 10 à 30 kV), de convergence et de luminosité réglables. Le faisceau traverse,

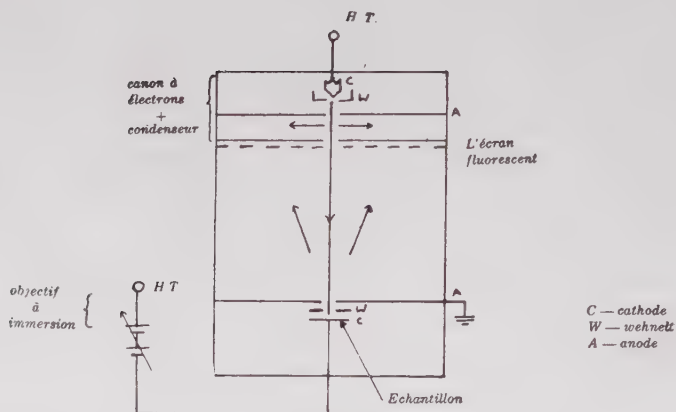


Fig. No. 1
principe du microscope à miroir

par un orifice de faible diamètre situé près du foyer du condenseur, un écran dont la face inférieure est enduite de substance fluorescente, puis atteint l'objectif à immersion. L'objet à examiner est porté à un potentiel légèrement plus négatif que celui du filament du canon à électrons ; ce potentiel est choisi de façon que les électrons, freinés par le champ antagoniste qui règne entre l'objet et l'anode viennent se réfléchir, sans atteindre l'objet, sur les surfaces équipotentiellles très proches de la surface de l'objet. Le faisceau réfléchi est de nouveau accéléré et en même temps focalisé par l'objectif à immersion, entre l'objet et l'anode.

Le faisceau forme donc sur l'écran fluorescent l'image, non de l'objet lui-même, mais d'un plan conjugué très voisin de celui de l'objet. Si la surface de l'objet était rigoureusement plane et équipotentielle (et s'il n'existe aucun champ magnétique), le faisceau réfléchi donnerait sur l'écran un éclaircissement uniforme.

Mais si cette surface est corrodée, rayée, ou si elle n'est pas équipotentielle, les surfaces équipotentiellles cessent d'être planes au voisinage de l'objet ; les trajectoires électroniques, dans cette région où la vitesse des électrons est très faible, sont fortement influencées par les irrégularités des surfaces équipotentiellles avant et après réflexion.

Une mise au point convenable donne alors une "image" où apparaît un contraste.

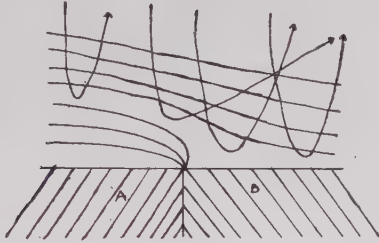


Fig. No. 2

surfaces équipotentiellees et trajectoires au voisinage de l'objet, en présence d'une différence de potentiel de contact.

La figure 2 montre le schéma des surfaces équipotentiellees et trajectoires au voisinage de l'objet, en présence d'une différence de potentiel de contact.

3 — Pouvoir de résolution

WISKOTT (5) a fait une analyse détaillée de la formation de l'image dans le microscope électronique à miroir. Il a calculé le pouvoir de résolution théorique, en se plaçant soit au point de vue de l'optique électronique physique (et en utilisant la mécanique ondulatoire), soit au point de vue de l'optique géométrique, en utilisant la mécanique classique. Ce pouvoir de résolution est de l'ordre de

$$\delta = A \left(\frac{9 \hbar^2}{8 m e E_0} \right)^{\frac{1}{3}}$$

où $\hbar = h/2\pi$, h : constante de Planck ; e et m : charge et masse des particules ; E_0 : champ en avant de la cathode, en dehors de la zone perturbée, dans la zone où les électrons se réfléchissent.

La constante A ne peut être calculée que pour une structure donnée du champ perturbateur au voisinage de la cathode. Dans le cas d'un objet à structure périodique pour lequel WISKOTT a fait un calcul complet, A est égal à 3,45.

Pour des électrons, en remplaçant les constantes par leur valeur numérique, on trouve pour le pouvoir de résolution un ordre de grandeur donné par

$$\delta = \sqrt[3]{\frac{340}{E_0}}$$

Pour $E_0 = 40 \text{ kV/cm}$ $\delta \sim 0,01 \text{ micron}$

Le pouvoir séparateur expérimental est actuellement de l'ordre de $0,1 \mu$ à $0,3 \mu$ (9), c'est-à-dire semblable à celui du microscope optique, ou légèrement meilleur.

On peut montrer que le pouvoir séparateur est bien de la forme ci-dessus. Posons en effet (5) :

$\phi = E_0 (Z - Z_0 + a \psi)$ pour le potentiel en avant de la cathode, Z_0 étant l'abscisse pour laquelle le potentiel serait nul (et aussi la vitesse des électrons) en l'absence de potentiel perturbateur, et $a\psi$ étant le potentiel perturbateur.

Pour un faisceau d'électrons normal à la cathode, l'équation de Schrödinger définissant la fonction d'onde u est :

$$\Delta u + \frac{2m}{\hbar^2} \cdot e \phi \cdot u = 0$$

ou
$$\Delta u + \frac{2mE_0}{\hbar^2} (Z - Z_0 + a \psi) u = 0$$

Introduisons une longueur de référence l et les conventions

$$\frac{x}{l} = \xi, \quad \frac{y}{l} = \eta, \quad \frac{a}{l} = \alpha$$

$$\frac{Z - Z_0}{l} = \zeta, \quad \frac{Z_0}{l} = \zeta_0$$

l'équation devient :

$$\Delta u + l^3 \cdot \frac{2m}{\hbar^2} \cdot eE_0 (\zeta + \alpha \psi) u = 0$$

Dans cette relation, les dérivations sont faites par rapport aux coordonnées réduites ξ, η, ζ .

Si l'on donne à l la valeur : $l = \left(\frac{9 \hbar^2}{8 m e E_0} \right)^{\frac{1}{3}}$

selon WISKOTT, toutes les constantes caractéristiques de la particule et le champ asymptotique E_0 disparaissent ; on voit également que le pouvoir séparateur variera avec e, m ,

E_0 comme 1, c'est-à-dire sera de la forme :

$$\delta = A \left(\frac{9 \hbar^2}{8 m e E_0} \right)^{\frac{1}{3}}$$

C'est en développant le calcul, pour un choix particulier du potentiel perturbateur $\propto \psi$, que la constante A peut être déterminée.

WISKOTT a montré que le résultat énoncé peut aussi se retrouver à partir des relations d'incertitude d'HEISENBERG.

4 — *Sur la formation de l'image*

Le champ de force électrostatique devant le miroir est effectivement l'espace qui contribue à la formation de l'image. Dans le langage de l'optique, c'est un espace d'indice de réfraction variable renfermant des inhomogénéités et situé devant une surface de réflexion électronique irrégulière.

Pour obtenir sur l'écran fluorescent une image nette de l'échantillon, on peut procéder de deux façons. On polarise négativement le spécimen à l'aide d'une pile par rapport à la tension du filament source, et on règle la polarisation à une valeur convenable. Ou bien on agit sur la distance objet-anode de l'objectif à immersion pour une polarisation donnée très faible de l'objet ; on met alors au point en déplaçant le spécimen.

Les détails de l'image apparaissent de plus en plus nombreux au fur et à mesure que les électrons incidents se réfléchissent de plus en plus près de l'échantillon. Donc, on polarise le spécimen de façon à obtenir la netteté maximum. Pour obtenir l'image la plus détaillée, on polarise l'échantillon de façon que les points focaux appartenant aux irrégularités focalisées tombent dans le plan de l'écran fluorescent. Mais dans tous les cas, on obtient une "pseudo-image" de la surface, qu'il est souvent difficile d'interpréter.

Nous devons signaler ici un point important au sujet de l'appareil que nous avons réalisé dont la description est donnée dans le chapitre suivant. Cet appareil peut fonctionner soit en microscope à émission soit en microscope à miroir. Dans le cas où on l'utilise en émission, le spécimen

chauffé n'est pas illuminé par le faisceau primaire ; il est porté à la haute tension, et réuni électriquement au wehnelt de l'objectif à immersion ; on obtient sur l'écran une image nette de la surface émissive en agissant sur la distance objet-wehnelt de l'objectif à immersion. Dans le fonctionnement en miroir, le spécimen est illuminé par le canon à électrons et polarisé par rapport au filament ; le faisceau électronique qui se dirige vers le spécimen traverse l'écran. Si nous laissons l'objet dans la position déjà réglée en émission, les électrons réfléchis ne donnent pas d'image sur l'écran, car en première approximation, si on néglige les perturbations subies près de l'objet, ils repassent à travers le trou de l'écran (retour inverse de la lumière). Pour obtenir en réflexion une image de la surface même, il faudra donc changer légèrement la position de l'objet, lorsqu'on passera du fonctionnement en émission à celui en miroir.

5 — *Le contraste de l'image*

Le contraste de l'image (manque d'électrons dans certaines zones, accumulation dans d'autres) a pour origine toute cause possible de perturbation des trajectoires électroniques au voisinage de la surface de l'objet.

— Les irrégularités superficielles, quelle que soit leur origine seront reproduites par les surfaces équipotentielles voisines de la surface et apparaîtront sur l'image. On pourrait représenter mathématiquement dans certains cas la distribution du potentiel électrostatique devant le miroir, perturbé par les différences de potentiel de contact.

Pour obtenir un contraste de l'image, on a besoin d'une déflexion du faisceau d'électrons par les points de l'objet qui doivent se détacher du fond. La formation du contraste est due à une sorte de modulation de la déflexion transversale des trajectoires électroniques par la composante du champ électrique perturbé parallèle au plan du spécimen-miroir. La force qui provoque la déflexion est proportionnelle à l'amplitude de ce champ électrique, lui est parallèle, et est dirigée suivant ce champ ; elle est indépendante du sens du déplacement de la particule considérée. Elle agit donc dans le même sens sur un électron du faisceau

d'illumination, à l'aller et au retour.

Dans le cas d'un objet aimanté, on pourrait craindre à priori qu'il n'y ait pas de contraste ; en effet si on considère l'action sur une particule dont la vitesse est perpendiculaire au plan de miroir d'une composante de l'induction magnétique parallèle à ce plan, la direction de la force exercée pendant le trajet aller est opposée à celle de la force qui s'exerce pendant le retour. Toutefois, en la présence d'une composante radiale de la vitesse dont le signe ne change pas au cours de la réflexion (et par conséquent donne naissance à une force dont l'action s'ajoute à aller et au retour) permet l'obtention d'un certain contraste.

6 — *Applications*

Les diverses applications de cet appareil peuvent se situer dans l'étude de l'état de surface (reliefs géométriques) (8), (9) ; des potentiels de contact entre grains ou domaines voisins (7), (8) ; des domaines magnétiques d'un échantillon ferromagnétique (10) ; des domaines magnétiques obtenus par enregistrement sur une bande magnétique (11) et des jonctions p-n des semi-conducteurs (12).

3

DISPOSITIFS EXPÉRIMENTAUX

1 — *Les deux possibilités de notre microscope*

L'appareil que nous avons réalisé peut fonctionner aussi bien en microscope à émission qu'en microscope à miroir comme nous avons signalé au chapitre II.4.

Le canon à électrons supérieur sert comme source pour illuminer l'échantillon dans le fonctionnement comme microscope à miroir. Le faisceau électronique traverse d'abord deux lentilles électrostatiques que nous appellerons le condenseur et le projecteur; il se dirige ensuite vers le spécimen placé dans une autre lentille différente des précédentes, qui constitue un objectif à immersion. L'objectif à immersion est constitué de trois électrodes. Nous en verrons le détail plus loin III.6. En dessous de cet objectif se trouve un deuxième canon à électrons qui sert à chauffer l'objet et à donner une image, lors du fonctionnement en microscope à émission. L'anode de ce canon, qui porte le spécimen est alors la cathode de l'objectif à immersion. La figure 3 représente le schéma d'ensemble de l'appareil.

2 — *Le canon à électrons de chauffage* (microscope à émission)

a — *Description*

La figure 4 représente le schéma de ce canon. Le filament émetteur en tungstène qui a la forme d'une spirale est maintenu dans un support de stéatite, et entouré par un cylindre de laiton qui constitue le wehnelt du canon triode. Un support en matière plastique isole cet ensemble de l'anode sur laquelle est placé l'échantillon. L'ensemble filament, wehnelt et anode peut être déplacé de l'extérieur par un dispositif spécial. La distance entre l'anode et le wehnelt est réglable, ainsi que celle du wehnelt par rapport

au sommet du filament, mais seulement après démontage du canon.

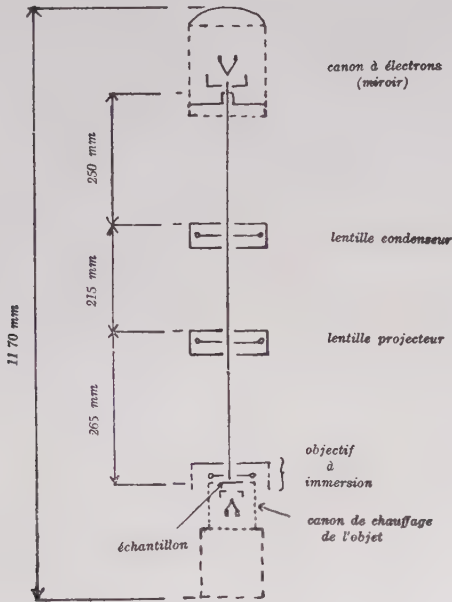


Fig. No. 3
ensemble de l'appareil

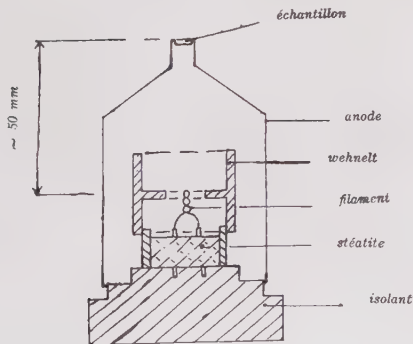


Fig. No. 4
canon à électrons de chauffage

b — Alimentation du canon

Ce canon est alimenté par une source de tension continue

obtenu par redressement à partir d'une tension 110 volts, 500 Hz fournie par un alternateur stabilisé. L'intensité de chauffage du filament de diamètre 15/100 mm peut varier de 2 à 3 A ce qui permet de régler l'intensité du courant émis par le filament. Un auto-transformateur permet de régler la tension accélératrice appliquée entre filament et objet. La tension wehnelt est obtenue par auto-polarisation. Pour avoir une émission électronique suffisante, la tension appliquée au canon doit être de l'ordre de quelques kilovolts.

c — *Réglage du canon*

Le canon peut être déplacé par rapport à l'objectif à immersion soit transversalement, soit verticalement. Etant donné que l'anode de ce canon forme la cathode même de l'objectif, on peut donc effectivement faire varier la distance entre le wehnelt et la cathode de l'objectif sans toucher au réglage géométrique du canon. Le mécanisme prévu peut donner au maximum un déplacement vertical de 6 mm, et un déplacement latéral de 2 mm environ.

Pour un bon fonctionnement l'anneau du wehnelt doit être réglé de façon à être au niveau du sommet du filament. Quand on augmente la polarisation du wehnelt en faisant varier la résistance d'autopolarisation, on agit sur la concentration des électrons, et en conséquence, il existe un réglage optimum donnant le chauffage maximum de l'échantillon. On obtient une température de 1100°C environ pour une puissance de chauffage de 15 watts.

d — *Fonctionnement en microscope à émission*

Lorsque l'échantillon est suffisamment chauffé, une tension V de 10 à 25 kV étant appliquée sur l'objectif, on voit apparaître l'image de la surface du spécimen sur l'écran fluorescent. En général, le wehnelt et la cathode de l'objectif sont au même potentiel (c'est-à-dire à la haute tension V par rapport à la masse). La mise au point de l'image par émission est alors faite en ajustant la distance entre le wehnelt et la cathode. Cette distance doit être d'environ 0,5 mm pour une tension nulle entre le wehnelt et l'objet, les dimensions des électrodes étant les suivantes : épaisseur

du wehnelt 0,7 mm ; diamètre du wehnelt 2,4 mm ; distance wehnelt-anode 2,4 mm ; diamètre d'anode 2 mm.

Lorsqu'on chauffe progressivement le spécimen, on voit d'abord les points émissifs très brillants dûs à des impuretés puis après un certain temps on observe la surface du métal avec ses cristaux dont la taille augmente progressivement. Si le vide est mauvais on peut observer, avec du titane par exemple, la formation de cristaux d'oxyde.

3 — Le canon à électrons d'illumination (microscope à miroir)

a — Description

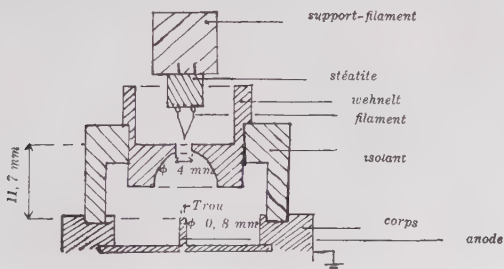


Fig. No. 5
canon à électrons d'illumination

La figure 5 représente le schéma de ce canon. Le filament en forme de V a une longueur d'environ 8 mm et est monté sur un support en stéatite.

Le canon utilisé est du type de celui décrit par BRICKA et BRUCK (13) avec wehnelt et anode sphériques. La distance filament-wehnelt est réglable en marche. Quand le filament est dans la position la plus élevée, la distance entre le filament et le wehnelt est d'environ 2 mm. Le trou du wehnelt a un diamètre de 4 mm. On peut ainsi pour augmenter la luminosité, descendre le filament sans que celui-ci touche le wehnelt. Le filament peut également être centré latéralement dans le wehnelt. Le dispositif porte-filament est détachable du reste du canon, ce qui permet de remplacer facilement le filament.

Le wehnelt repose sur un isolant qui le maintient à une distance fixe de l'anode : 11,7 mm. Il a la forme d'une demi-

sphère. L'épaisseur au centre est de 2,2 mm. La calotte sphérique de l'anode (de rayon $r = 1,6$ mm) porte un trou axial de diamètre 0,8 mm.

b — Alimentation du canon

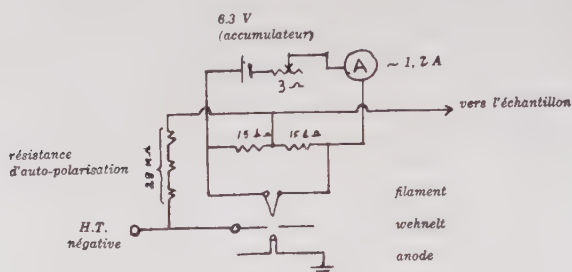


Fig. No. 6

alimentation du canon à électrons de chauffage

La figure 6 représente le schéma de l'alimentation de ce canon.

Le filament est alimenté par un accumulateur de 6,3 volts et le courant est ajusté à environ 1,7 A, grâce à un rhéostat. La haute tension négative, d'environ 20 kV est reliée directement au wehnelt. La polarisation entre le wehnelt et la cathode est automatique. Pour cela, la borne de la haute tension négative, directement reliée au filament par une chaîne de résistance d'environ 30M Ω . Pour obtenir le point milieu électrique du filament, nous avons introduit deux résistances égales de quelques milliers d'ohms entre les bornes du filament, et nous avons appliqué la tension négative au point milieu de ces résistances. On voit que l'émission électronique du filament donne lieu automatiquement à une polarisation négative du wehnelt.

c — Réglage du canon

Le filament peut être déplacé verticalement et latéralement et pour cela, il y a trois commandes. Pour régler le spot, on dispose de quatre commandes supplémentaires qui agissent sur l'ensemble wehnelt-anode par rapport au filament; deux d'entre elles servent aux déplacements latéraux

et les deux autres aux déplacements angulaires. Donc, le spot est réglable au moyen de 7 commandes.

4 — Lentille condenseur et lentille projecteur

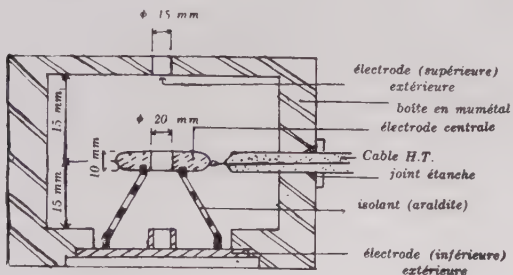


Fig. No. 7
lentille condenseur
„ projecteur

La figure 7 représente le schéma de ces lentilles. Ces deux lentilles sont constituées de façon identique. Chacune d'elles comporte une électrode centrale portée à la haute tension négative et contenue dans un boîtier en mumétal épais qui sert de blindage magnétique.

Les parois du boîtier forment deux électrodes positives. C'est donc effectivement une lentille à trois électrodes. L'électrode centrale d'épaisseur 10 mm est en acier inoxydable. Elle est maintenue dans la boîte par un isolant en araldite. Le diamètre du trou de l'électrode centrale est de l'ordre de 20 mm. Les bords de l'électrode sont arrondis pour éviter les claquages. La distance moyenne entre cette électrode et les électrodes extérieures est de l'ordre de 15 mm. L'alimentation en tension s'effectue directement grâce à un câble isolé qui traverse la paroi (voir fig. 7). Un diaphragme de 3 mm réduit l'ouverture du faisceau à l'entrée de la lentille. Cette lentille sert à concentrer les électrons émis par le filament sur l'échantillon.

Un cylindre en duralumin maintient la lentille condenseur à distance fixe du canon à électrons, et forme une partie de l'enceinte à vide. Il est revêtu intérieurement d'une feuille de mumétal pour réduire l'influence déviatrice du champ magnétique terrestre sur le faisceau électronique. La dis-

tance parcourue par le faisceau d'électrons après avoir quitté le canon jusqu'à la lentille condenseur est d'environ 250 mm.

Un deuxième cylindre analogue au précédent raccorde la lentille condenseur à la lentille projecteur. Ce cylindre d'une longueur de 300 mm est également revêtu d'une feuille de mumétal pour réduire l'effet de champs magnétiques extérieurs.

La lentille projecteur est analogue à la lentille condenseur. Selon les exigences des expériences, on peut supprimer cette lentille projecteur, en mettant l'électrode centrale à la masse ou bien en l'ôtant simplement.

5 — *L'écran fluorescent et les dispositifs d'observation de l'image*

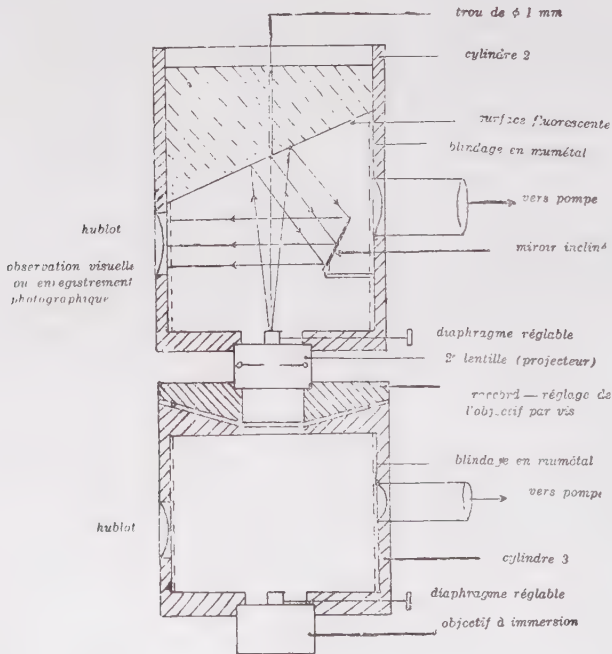


Fig. No. 8
dispositifs d'observation de l'image

La figure 8 représente le schéma des dispositifs d'observation de l'image.

Un troisième cylindre de duralumin sert de raccordement entre la lentille projecteur et l'objectif à immersion. Il est analogue au cylindre 2 (voir figure 8). L'écran fluorescent est incliné d'environ 45° par rapport à l'axe du faisceau d'électrons. La surface de l'écran est très bien polie et recouverte d'une substance fluorescente (sulfure de zinc). Un trou de diamètre 1 mm au centre de l'écran permet au faisceau incident de poursuivre sa trajectoire vers le spécimen.

L'écran fluorescent peut être placé soit dans le cylindre 2, c'est-à-dire entre la lentille condenseur et la lentille projecteur, soit dans le cylindre 3, c'est-à-dire, entre la lentille projecteur et l'objectif à immersion. Dans chacune de ces positions, on peut observer visuellement ou photographier l'image de l'échantillon qui apparaît sur l'écran. A cet effet, un miroir convenablement orienté renvoie cette image vers un hublot d'observation. Ce miroir est en acier inoxydable bien poli. On a évité d'employer un miroir ordinaire en verre isolant qui serait le siège d'une accumulation locale de charges.

A l'entrée de la lentille projecteur et de l'objectif à immersion, un dispositif spécial permet d'ajouter un diaphragme réglable latéralement.

Quand le microscope est utilisé en émission, pour observer l'image fournie par l'objectif à immersion seul, l'écran fluorescent est mis dans le cylindre 3. Le grossissement du microscope est ici dû uniquement à l'objectif. Pour obtenir un grossissement plus grand, on utilise en outre la lentille projecteur en sens inverse et dans ce cas, l'écran est installé dans le cylindre 2. On a alors une image agrandie grâce à cette lentille.

Les différentes parties du microscope sont usinées avec une grande précision et on fait un ajustage précis des pièces afin qu'elles soient toutes coaxiales. Nous avons vérifié au préalable le centrage de chaque lentille avant de la monter dans l'appareil, à l'aide d'un microscope optique spécial.

6 — *Objectif à immersion*

Nous avons utilisé l'objectif à immersion décrit par

SEPTIER (14). C'est la partie du microscope qui est la plus importante, étant donné que l'échantillon se trouve dans le champ de cette lentille et que le grossissement total du microscope dépend essentiellement du grandissement de l'objectif. Il nous semble donc utile de rappeler les principes de cet objectif.

a — Généralités

Dans un tel objectif, on constate qu'il y a une grande disproportion entre les indices d'entrée et de sortie, c'est-à-dire près de l'objet et près de l'image, à cause de la différence de vitesse des électrons. Par analogie avec l'optique lumineuse, (où d'ailleurs cette différence d'indices est beaucoup plus faibles), on a nommé cet objectif "objectif à immersion". On sait qu'on peut définir un indice n en optique électronique par $n = \sqrt{\phi}$ où ϕ est le potentiel local. Près de la cathode ϕ est de quelques dixièmes de volt et près de l'anode, de plusieurs kilovolts.

Cet objectif a deux fonctions distinctes : accélérer les électrons émis (ou réfléchis) et fournir une image réelle agrandie de l'objet. Ceci peut se réaliser avec deux types d'objectifs différents : un objectif purement électrostatique qui assure à la fois les deux fonctions ou bien un objectif mixte, comportant une partie électrostatique purement accélératrice suivie d'une lentille classique le plus souvent magnétique.

b — Description de l'objectif réalisé

Nous avons adopté le premier type d'objectif en raison de sa simplicité. Il consiste en une lentille électrostatique comportant deux électrodes placées devant une cathode plane constituée par la surface de l'objet (figure 9).

L'échantillon étudié forme la cathode qui a une surface plane. La première électrode (dénommée communément wehnelt par analogie avec les canons d'oscillographe) est tenu par un support en plexiglass solidaire de la boîte en mumétal qui forme l'objectif. Elle est en laiton et a une épaisseur (b) de 0,7 mm au centre et un trou de 2,4 mm de diamètre (R_1). La deuxième électrode, l'anode, est solidaire de la boîte de mumétal et a un trou de diamètre de 2

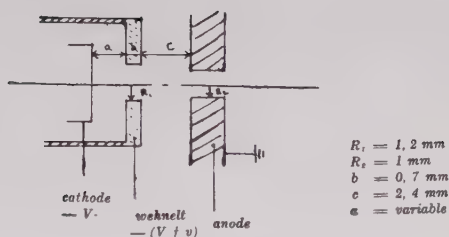


Fig. No. 9
Objectif à immersion

mm (R_2). On peut changer le diamètre du trou de l'anode (R_2) au moyen d'un diaphragme.

La distance (c) entre le wehnelt et l'anode est 2 mm et la distance (a) entre la cathode et le wehnelt est variable. La cathode-objet est mobile dans toutes les directions ; les déplacements perpendiculaires à l'axe optique permettent l'exploration de l'échantillon, et les déplacements parallèles à l'axe la mise au point de l'image sur l'écran fluorescent.

Entre la deuxième lentille et le cylindre 3 est prévu un raccord (fig. 8) qui nous permet de déplacer l'objectif à immersion, solidaire du cylindre 3, par rapport au reste du microscope, ce qui permet de donner à l'objectif le même axe que le reste du microscope.

c — Principe de fonctionnement (en émission)

L'anode est à la masse, réunie au pôle positif de la haute tension ; la cathode est connectée au pôle négatif. On peut avoir la même tension à la cathode et au wehnelt et dans ce cas, nous pouvons les relier par un ressort. Sinon, la mise au point fine peut s'effectuer en faisant varier légèrement la différence de potentiel v entre le wehnelt et la cathode ; v atteint quelques centaines de volts au maximum, lorsque la tension accélératrice d'anode est de quelques dizaines de kilovolts.

Les deux fonctions, accélératrice et focalisatrice sont ici intimement mêlées. La figure 10 fournit la carte du potentiel et indique la marche d'un pinceau élémentaire dans un tel système.

Pour qu'il y ait convergence en un point-image des rayons

issus d'un point-objet, il faut, d'une part, que ces rayons rencontrent des équipotentiellles courbées, présentant leur convexité vers la cathode et et, d'autre part, que la répartition du potentiel axial ait l'allure représentée sur la figure 11.

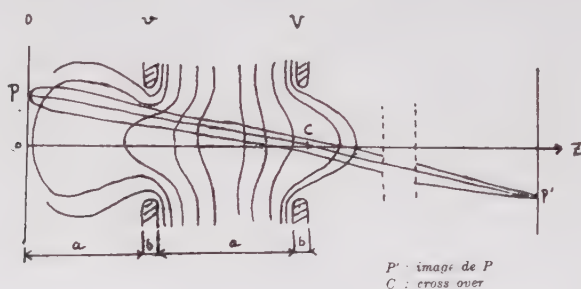


Fig. No. 10

schéma de l'objectif électrostatique; allure des surfaces équi-potentiellles et des trajectoires électronique issue d'un point P.

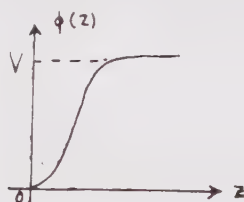


Fig. No. 11

allure de la répartition du potentiel axial dans un objectif à immersion, dans les conditions de mise au point.

Ceci revient à dire que la dérivée seconde du potentiel axial au voisinage de l'objet doit être positive. L'expérience montre que, dans les conditions de "bonne mise au point", le champ électrostatique E_0 sur la cathode est faible. Si on désigne par V la tension accélératrice, et si l'on exprime E_0 en volt. cm, on constate que E_0 ne peut jamais dépasser V volt cm, ce qui impose une limite à la valeur du pouvoir de résolution théorique.

Le champ E_0 augmente lorsqu'on réduit les dimensions de l'objectif, par similitude géométrique ; mais on est limité dans cette voie par les risques d'effluves, et par l'apparition

d'aberrations supplémentaires lorsqu'on diminue par trop le rayon des trous.

Dans certaines applications, on est obligé d'accroître les distances inter-électrodes, ce qui entraîne une diminution de E_0 , donc une détérioration du pouvoir séparateur. Il faut alors augmenter la haute tension V dans les limites permises par la tenue en tension des électrodes.

d — *Pouvoir de résolution*

La théorie permet (15) de calculer le pouvoir séparateur de tels objectifs :

$$\delta_{\text{theorique}} = K \frac{\Delta V}{E}$$

où K est une constante voisine de 1, ΔV l'énergie la plus probable des électrons lors de leur émission, et E le champ régnant à la surface de la cathode. Avec une tension d'accélération de 20 kV, on a dans le cas des meilleurs objectifs à immersion $E \sim 12-14$ kV/cm, ce qui conduit à un pouvoir séparateur de $0,1 \mu$ environ dans le cas d'électrons thermiques.

7 — *Les sources d'alimentation*

L'ensemble du microscope est alimenté à partir de deux sources.

a — *Source d'alimentation du canon chauffage de l'objet*

Elle a été décrite au paragraphe 2 b.

b — *Source H.T. générale*

Cette source de haute tension négative réglée, variable de 0 à 25 kV est utilisée pour alimenter les lentilles, l'objectif à immersion et le canon à électrons d'illumination.

Elle est alimentée directement sur le secteur 110 V et donne la H.T. du microscope. Le circuit consiste en un type classique doubleur par redresseurs et capacités, associé à un générateur à 46 kc/s (16). Il y a un circuit de stabilisation (5×10^{-5}) et la haute tension peut varier de 10 à 25 kV. Cette source est reliée à la source précédente par une chaîne des résistances élevée d'environ 40 M Ω . La

mesure de haute tension est assurée grâce à une résistance de $2000\text{ M } \Omega$ et à un micro-ampèremètre.

La figure 12 donne le schéma général des sources d'alimentation.

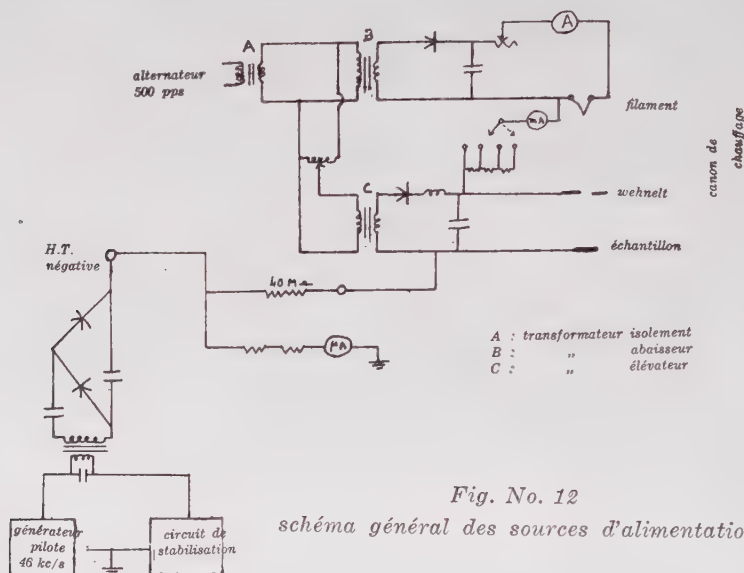


Fig. No. 12
schéma général des sources d'alimentation

c — Dispositifs de polarisation dans le cas du fonctionnement en miroir

Pour donner au spécimen une polarisation négative par rapport au potentiel (négatif) du filament d'illumination, on utilise une pile sèche de 100 volts en parallèle avec un potentiomètre. On pourrait également prévoir de la même façon une polarisation positive du spécimen.

Nous avons déjà vu qu'en passant du microscope à émission au miroir, on doit changer la position de l'échantillon. On a également pour éviter ce réglage une polarisation entre le wehnelt et l'échantillon ; une pile sèche de 200 volts en série avec un potentiomètre sert à polariser le wehnelt par rapport à la cathode de l'objectif (qui contient l'échantillon) à immersion.

La figure 13 montre le schéma de répartition des potentiels du microscope à miroir.

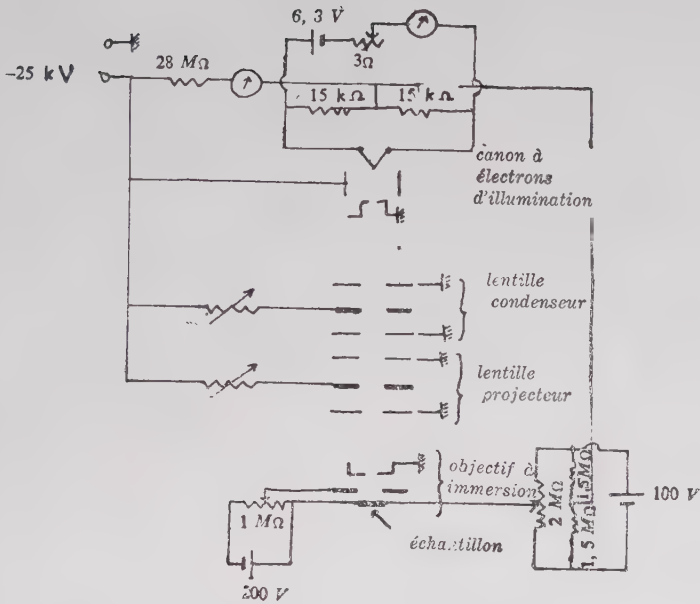


Fig. No. 13

répartition des potentiels du microscope à miroir

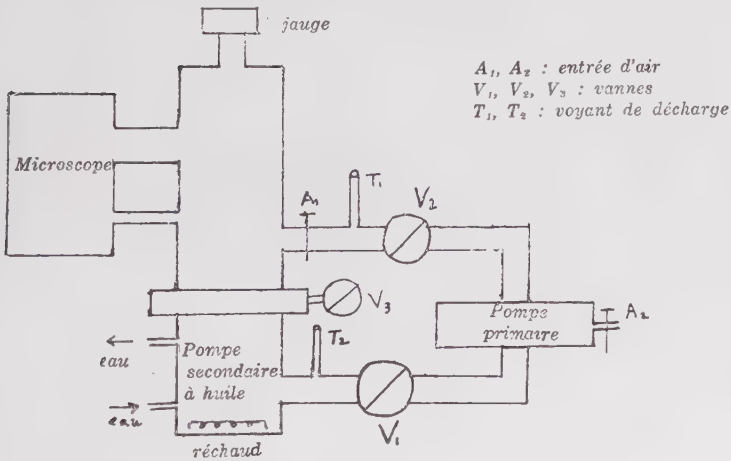


Fig. No. 14

banc de pompage

8 — *Banc de pompage*

L'ensemble de l'appareil est évacué par une pompe primaire suivie d'une pompe à diffusion à huile. Des tubes de décharge permettent d'estimer le vide primaire ; on mesure le vide secondaire au moyen d'une jauge à ionisation. Après 45 minutes de fonctionnement, on atteint un vide de l'ordre de 2×10^{-4} mm de Hg.

Il faut environ une dizaine de minutes pour arriver de nouveau à un bon vide, après avoir fait rentré de l'air dans le microscope afin de changer le spécimen.

La figure 14 donne le schéma du banc de pompage.

RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX

1 — *Préparation des échantillons*

Le spécimen se présente sous la forme d'une pastille de diamètre 5 mm et de quelques dixièmes de mm d'épaisseur. Il est très bien poli mécaniquement, à l'aide de papiers émeris de plus en plus fins, puis nettoyé avec du trichloroéthylène ou de l'acétone. Le spécimen repose sur le porte-objet où un logement est aménagé à cet effet.

Nous avons préparé quelques spécimens dont les surfaces ont été recouvertes de dépôts métalliques. Pour réaliser ces dépôts, les spécimens de base en nickel ou en zinc, bien polis et nettoyés, sont placés sur une grille disposée dans une cloche de verre sous vide. Le métal déposé (l'argent ou l'or) est chauffé jusqu'à ce qu'il commence à s'évaporer. Un dépôt est ainsi réalisé sur le métal de base à travers la grille. Nous obtenons ainsi un échantillon comportant des carrés de métal de dépôt, séparés par le métal de base. L'épaisseur de dépôt peut varier selon la quantité du métal vaporisé.

2 — *Utilisation de l'objectif à immersion dans l'étude de surfaces métalliques — contrastes*

Nous allons maintenant aborder l'origine des contrastes qui est due :

- 1 ° — à la structure cristalline de l'échantillon
- 2 ° — aux variations du potentiel de sortie d'un cristal à autre qui provoquent de grandes différences d'émissivité.

En effet, ce potentiel de sortie, dans le cas des électrons thermiques ou ultra-violet, varie non seulement dans de grandes proportions d'un métal à l'autre, mais aussi de 10% autour de sa valeur moyenne pour les divers cristallites d'un même métal.

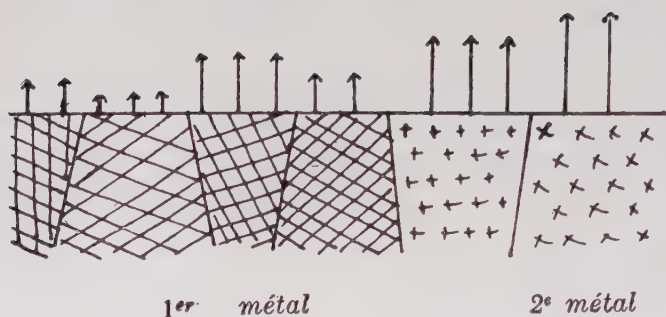


Fig. No. 15
fluctuations du potentiel de sortie

La figure 15 illustre ces fluctuations du potentiel de sortie.

Dans le deuxième facteur, une adsorption superficielle d'un "activant" (de forte émissivité) ou d'une "impureté" (diffusant de l'intérieur) se réalisant de façon sélective, permet de distinguer les diverses faces cristallines.

Les reliefs de la surface contribuent aussi à la formation d'un pseudo-contraste, à condition que ces reliefs soient inférieurs à la profondeur de champ de l'appareil (de l'ordre de 0,1 à 0,01 mm). Ces reliefs créent un astigmatisme local dont la valeur dépend de la mise au point.

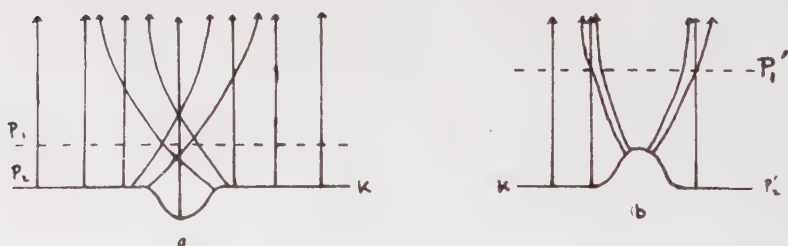


Fig. No. 16
influence des inégalités de la surface

En effet, comme la figure 16 le montre, les inégalités de la surface perturbent la répartition de potentiel au voisinage de la cathode, chacune jouant le rôle d'une lentille faible, divergente ou convergente. L'aspect de l'image varie donc

suivant le plan de mise au point. Dans le cas d'une cavité relativement profonde apparaissent aussi des phénomènes de charge d'espace, qui empêchent de sortir les électrons émis au fond de cette cavité, de sorte que celle-ci semble non émissive.

L'influence des aspérités (fig. 16) a été étudiée par RECKNAGEL et BERTEIN (17) pour le microscope à émission. Il semble qu'on puisse distinguer trois cas, suivant la grandeur de ces irrégularités :

1^o- des irrégularités assez étendues (quelques microns ou plus) introduisent des déformations dans l'aspect global de l'image, mais n'ont aucune action sur le pouvoir séparateur ; en faisant varier la mise au point, on peut rendre net successivement chaque point de l'image. Elles donnent sur l'image des "fantômes" semblables à ceux des images de répliques du microscope classique. Dans le cas d'un creux (fig. 16 a), on pourra avoir deux aspects différents de la rayure suivant qu'on met au point sur les plans P_1 ou P_2 . En P_1 , en particulier, la rayure semblera très émissive au centre (accumulation de lumière due à l'action convergente de la rayure) et obscure sur les bords.

2^o- des irrégularités de l'ordre de grandeur du pouvoir séparateur — que ce soient des reliefs ou des irrégularités de potentiel dûs à des différences de potentiel de contact, comme il en existe entre les différents cristallites des métaux ou entre les graines d'oxydes et le métal sous-jacent, — ont un effet totalement négligeable.

3^o- des irrégularités de taille intermédiaire ont une influence qui peut devenir gênante. Elles donnent lieu à plusieurs termes d'aberration : déplacement, distorsion, courbure de champ et astigmatisme. Ce dernier est de loin prépondérant. On peut le calculer complètement dans le cas d'irrégularités de forme simple : rayures parallèles par exemple (cas fréquent avec un mauvais polissage de la surface). Un calcul démontre qu'un polissage aussi parfait que possible est nécessaire pour éviter cette aberration. Pour permettre d'approcher le pouvoir séparateur théorique, on doit polir la surface électrolytiquement.

Dans le microscope à miroir, on retrouve les mêmes causes de contraste et, vraisemblablement, l'action de reliefs

sur le pouvoir séparateur est du même ordre de grandeur.

La figure 17 montre une surface de Niobium en émission. On voit le contraste dû aux différents cristaux.

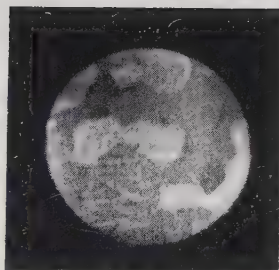
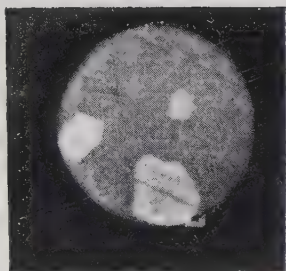
3 — *Marche d'une expérience en miroir*

La marche d'une expérience s'effectue de la manière suivante. Après avoir pompé pendant 45 minutes tout l'appareil et quand le vide atteint une valeur d'environ 2×10^{-5} mm de Hg, on alimente le filament du canon d'illumination, puis on applique la haute tension. Avant de mettre l'échantillon, on doit vérifier si le faisceau électronique est bien rectiligne.

Pour cela, on met à la place de l'échantillon une surface fluorescente reliée à la masse. Par un système de miroir incliné, on peut observer le spot d'impact des électrons, si les différentes parties du microscope (notamment le canon d'illumination) sont bien alignées. Pour faciliter cet alignement, on peut procéder progressivement en disposant des surfaces fluorescentes munies d'un trou central à l'entrée de chaque lentille. On observe les spots sur ces surfaces à travers les hublots prévus. On centre d'abord le canon à électrons. Ensuite, en faisant varier la tension sur la lentille condensatrice, on focalise les électrons. Pendant cette opération, on peut ne pas alimenter la lentille projecteur. Dès qu'il y a un spot sur le spécimen fluorescent, on alimente la lentille de projection. En réglant ainsi successivement l'axe du canon à électrons, les tensions des lentilles, on arrive à obtenir un spot lumineux et concentré. Un facteur important est la stabilité de la source de haute tension ; en cas de mauvais alignement les fluctuations feraient décaler transversalement le spot, et on serait obligé de réajuster constamment le réglage latéral du canon. Enfin l'accumulateur qui alimente le filament doit être chargé régulièrement pour donner un débit stable dans le temps.

Le faisceau une fois centré, on n'a plus à toucher au canon, sauf en cas de rupture du filament. Avec les filaments que nous avons utilisés, nous pouvions travailler plus de 30 heures avec un bon vide.

Quand l'appareil est ainsi réglé, on remplace le spécimen



Niobium en émission

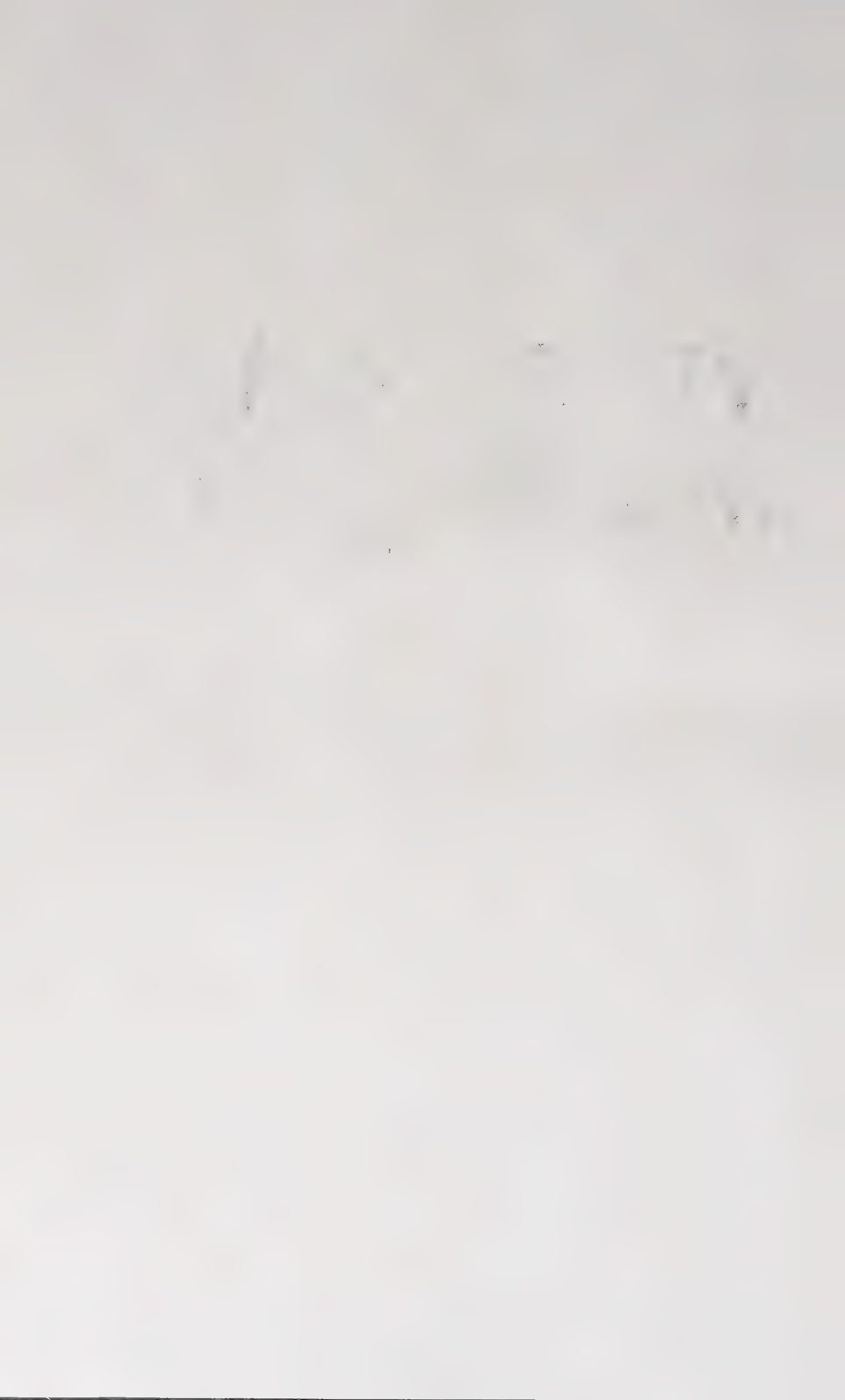
Tension commune de la cathode

et du wehnelt = -10 KV

Grossissement électronique $\simeq 60$

„ total $\simeq 250$

Fig. No. 17



fluorescent par l'échantillon à étudier. On peut observer l'image de réflexion de la surface de l'échantillon, et bien l'enregistrer photographiquement. L'écran fluorescent est placé en-dessous de la lentille condenseur, c'est-à-dire dans le cylindre 2 (fig. 8). On observe l'image par un miroir convenablement incliné, à travers un hublot.

4 — *Résultats obtenus avec le microscope à miroir*

a — *Observation d'un métal unique*

Nous avons étudié l'influence de la polarisation de l'échantillon sur le mécanisme de formation de l'image. On constate que l'image est nette pour une valeur seulement bien déterminée de la polarisation.

Pour que les électrons soient réfléchis, nous devons avoir une polarisation négative du spécimen par rapport au filament du canon d'illumination. Si on applique une polarisation légèrement positive, une grande partie des électrons se trouve encore réfléchis, mais le contraste de surface est nul. Pour une polarisation nulle, puis de plus en plus négative, une image floue apparaît, et devient de plus en plus nette. Pour une certaine valeur de la polarisation, l'image est nette. Si on continue à accroître la polarisation, l'image devient de plus en plus floue. Pour une H.T. totale de 18 kV appliquée à l'objet et au wehnelt, la meilleure mise au point correspond à une polarisation de l'ordre de -5 volts.

Les "pseudo-images" ainsi obtenues correspondent à des plans de plus en plus éloignés de l'échantillon. Il semble donc qu'avec ce dispositif il soit possible d'avoir une information correcte sur un seul plan voisin de la surface. On estime que pour une tension de 20 kV le champ E_0 à la surface de l'échantillon soit de 8 kV/cm ; la surface qui donne une image nette, pour une polarisation de -5 volts environ, se trouverait donc à une distance d de l'objet égale à

$$d = \frac{5}{8 \cdot 10^3} \cong 0,60 \times 10^{-3} \text{ cm} \cong 6,0 \times 10^{-3} \text{ mm}$$

c'est-à-dire à une distance du même ordre de grandeur que

la profondeur des rayures de polissage subsistant sur la surface de l'échantillon.

Il est pratiquement impossible d'obtenir une image fidèle lorsque les aspérités de la cathode dépassent quelques dizaines de microns ; l'image obtenue sur l'écran ne reproduit que de façon très approchée la structure de l'objet.

Si on veut, par exemple observer une grille à fils tissés posée sur une surface plane, on obtient effectivement la trace des fils croisés (voir fig. 18 a-f). En variant la polarisation on obtient des pseudo-images très différentes, mais sans pouvoir faire une mise au point correcte soit sur les fils, soit sur le fond.

Un exemple d'observations effectuées dans ces conditions est donné sur les figures 19 a-e avec un objet de nickel pur poli, dont la surface est amorphe (couche de polissage). Des objets de Titane, Tantale, Zinc, Niobium, Molybdène et Cuivre ont été également examinés (fig. 20 a-f). On peut y distinguer quelques limites de grains. Mais ici encore les contrastes sont dûs essentiellement aux reliefs de la surface.

Le grandissement électronique G de l'image est ici

$$G \cong 60$$

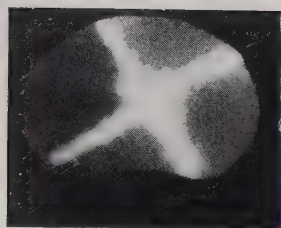
b — *Influence d'une différence de potentiel de contact entre deux métaux*

Nous avons observé ensuite des objets composites, obtenus par la technique d'évaporation décrite plus haut. Les métaux choisis l'ont été en fonction de leur différence de potentiel de contact, afin de mettre en évidence des contrastes plus ou moins grands entre les différentes régions de la surface de l'échantillon.

Nous avons examiné des dépôts (voir figure 21 a-e)

— d'argent ($\phi_s = 4,41$)	sur nickel ($\phi_s \cong 4,64$)
— d'argent	sur titane ($\phi_s = 4,14$)
— d'argent	sur zinc ($\phi_s \cong 3,78$)
— d'argent	sur tantale ($\phi_s \cong 4,10$)
— d'or ($\phi_s \cong 4,46$)	sur zinc

Les potentiels de sortie ϕ_s (exprimé en électron volt) ont été relevés dans le livre : Hand-Book of Chemistry and



a

$$\Delta v = -53 v$$



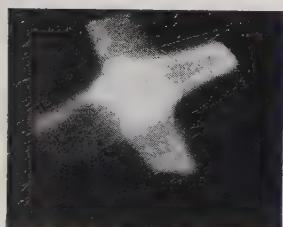
b

$$\Delta v = -46 v$$



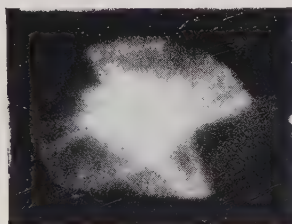
c

$$\Delta v = -40 v$$



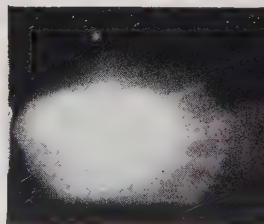
d

$$\Delta v = -33 v$$



e

$$\Delta v = -12 v$$



f

$$\Delta v = +3 v$$

Echantillon : Fils croisés (fer)

(maille de grille = 0,32 mm)

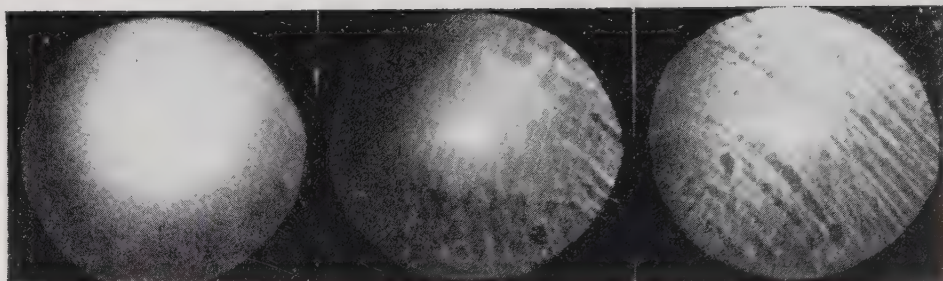
Grossissement $\simeq 60$

Tension commune de la cathode

et du wehnelt = -18 kV

Polarisation du spécimen = Δv

Fig. No. 18



a

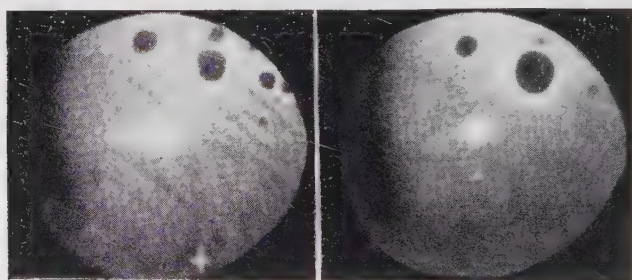
$$\Delta v = -1,3 v$$

b

$$\Delta v = -1,3 v$$

c

$$\Delta v = -4,9 v$$



d

$$\Delta v = -23 v$$

e

$$\Delta v = -43 v$$

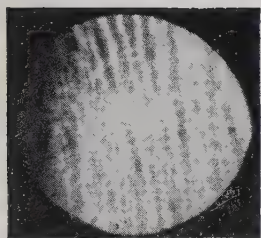
Echantillon : Nickel pur poli

Tension commune de la cathode

et du wehnelt = -18 kV

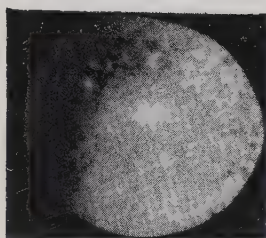
Polarisation du spécimen = Δv

Fig. No. 19



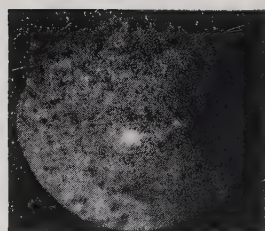
Titane

a



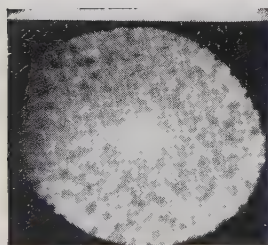
Tantale

b



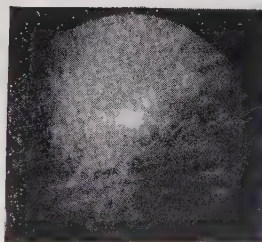
Zinc

c



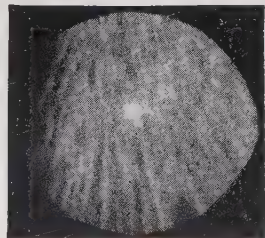
Niobium

d



Molybdène

e



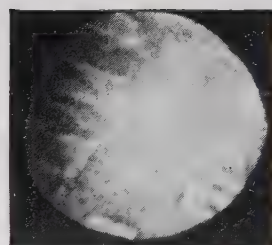
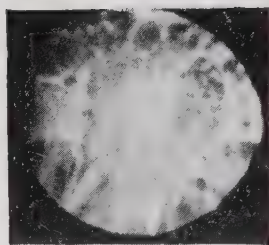
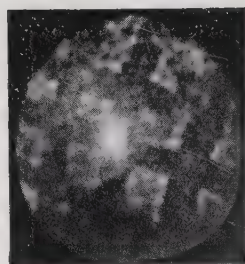
Cuivre

f

*Tension commune de la cathode
et du wehnelt = -18 kV*

*Polarisation optimale des échantillons pour
la meilleure mise au point $\simeq$ -5 v*

Fig. No. 20



a : Au sur Zn

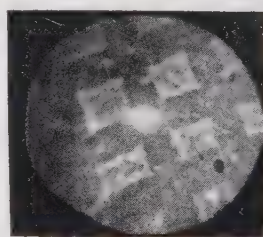
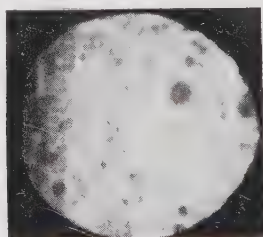
$\Delta \psi = 0,68 \text{ v}$

b : Ag sur Zn

$\Delta \psi = 0,63 \text{ v}$

c : Ag sur Ta

$\Delta \psi = 0,31 \text{ v}$



d : Ag sur Ti

$\Delta \psi = 0,27 \text{ v}$

e : Ag sur Ni

$\Delta \psi = -0,23 \text{ v}$

Tension commune de la cathode

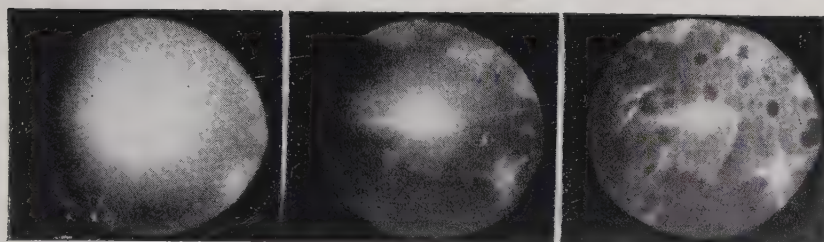
et du wehnelt = -18 kV

Polarisation optimale des échantillons pour

la meilleure mise au point $\simeq -5 \text{ v}$

L'épaisseur du dépôt $\simeq 500 \text{ \AA}$.

Fig. No. 21



a

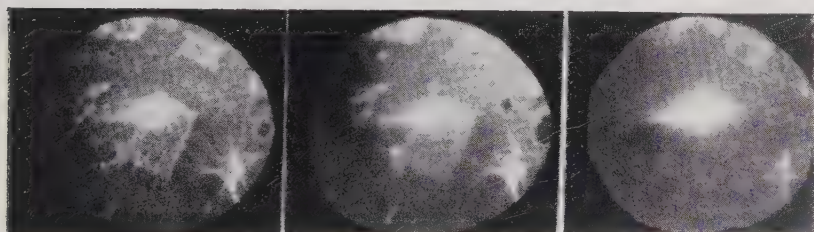
$$\Delta v = +1,3 v$$

b

$$\Delta v = -1,3 v$$

c

$$\Delta v = -5,1 v$$



d

$$\Delta v = -8,6 v$$

e

$$\Delta v = -23 v$$

f

$$\Delta v = -43 v$$

Echantillon : Dépôt d'Argent (500 Å.)

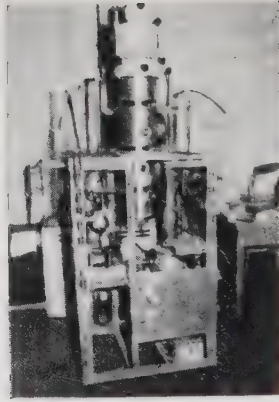
sur Nickel pur poli à travers une grille

Tension commune de la cathode

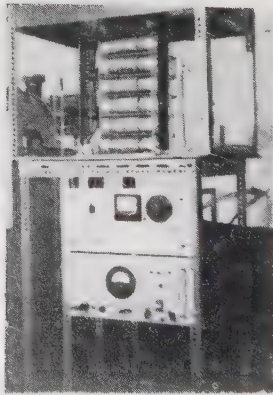
et du wehnelt = -18 kV

Polarisation du spécimen = Δv

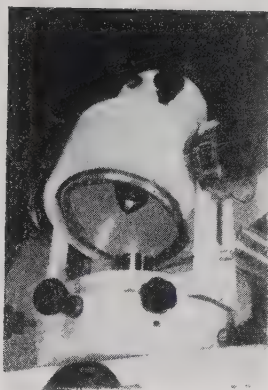
Fig. No. 22



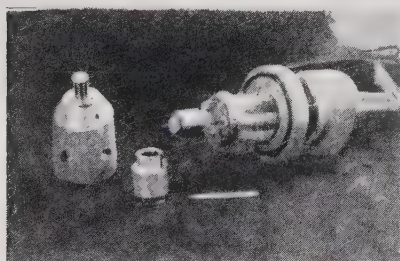
Le microscope — vue d'ensemble



Alimentation — Haute Tension stabilisée



Le canon à électrons d'illumination



↑ ↑ ↑ ↑
 anode wehnelt | réglage de
 (porte-objet) filament hauteur
 (cathode)

Le canon à électrons de chauffage

Physics (Chemical Rubber Publishing Co. Cleveland, Ohio. U.S.A.) et les d.d.p. (différences de potentiel) de contact correspondantes $\Delta\psi$ (en V) sont de l'ordre de :

Au — Zn	$\Delta\psi =$	0,68 V
Ag — Zn	$\Delta\psi =$	0,63 V
Ag — Ta	$\Delta\psi =$	0,31 V
Ag — Ti	$\Delta\psi =$	0,27 V
Ag — Ni	$\Delta\psi =$	- 0,23 V

En observant les différentes images obtenues sur les négatifs originaux, on constate que les carrés de métal déposé paraissent toujours plus "émissifs" que le support, et cela, quel que soit le signe de la d.d.p. $\Delta\psi$.

Pour les valeurs de $\Delta\psi$ positives, le contraste décroît effectivement lorsqu'on passe de $\psi\Delta = 0,68$ V à $\Delta\psi = 0,27$ V : il est beaucoup meilleur par exemple pour l'or sur le zinc que pour l'argent sur le titane.

Les images obtenues avec $\Delta\psi$ négatif (argent sur nickel) sont toutes très nettes, et bien contrastées (mieux contrastées d'ailleurs que celle d'argent sur titane, où le $\Delta\psi$ positif est à peu près équivalent en valeur absolue).

Cette image d'un dépôt d'argent sur nickel nous a permis d'estimer notre pouvoir de résolution à

$$\delta \approx 1 \mu \text{ environ.}$$

Lorsqu'on fait varier la polarisation de l'échantillon, le contraste subsiste même pour des images non nettes, mais il est maximum pour la meilleure mise au point (voir fig. 22 a-f).

Les figures 23, 24, 25 montrent respectivement les photos de l'ensemble de l'appareil, la haute tension stabilisée, le canon à électrons d'illumination, le canon à électrons de chauffage, les lentilles condenseur et projecteur et l'objectif à immersion.

5 — Conclusion

Nous avons mis au point un microscope destiné à fonctionner en miroir mais qui, éventuellement peut aussi fonctionner en émission. Dans cet appareil électrostatique le chemin du faisceau d'électrons est le même pour le

faisceau incident et le faisceau réfléchi. L'objectif à immersion à trois électrodes est commun pour les deux fonctions du microscope.

Les électrons sont émis par la surface de l'échantillon dans le cas de l'émission. Dans le cas de miroir, l'image formée sur l'écran est celle d'une surface équipotentielle très voisine de la surface de l'échantillon. Dans tous les deux cas, l'objectif à immersion accélère et focalise les électrons sur l'écran fluorescent.

A l'aide de ce microscope, nous avons montré qu'il était possible d'observer le relief des surfaces de différents métaux, à condition que les défauts soient peu importants.

Nous avons mis en évidence l'influence de la polarisation de l'échantillon sur la netteté de l'image et nous avons pu déterminer la valeur de polarisation optimale, qui conduit seule à une image nette d'un plan situé à environ 10^{-2} mm de la surface.

Nous avons également étudié l'image d'un dépôt mince d'un métal sur un autre métal de base, cela pour différents couples de métaux. Le contraste dépend du potentiel de contact entre les deux métaux. Il serait intéressant d'approfondir cet aspect ce qui permettrait d'étudier le potentiel de contact des métaux avec cet appareil, et en particulier les d.d.p. de contact dans les semi-conducteurs.

BIBLIOGRAPHIE

- (1) W. HENNEBERG — Z. Tech. Physik. t. 16, 1935, p. 621
G. HOTTENROTH — Z. Physik. t. 103, 1936, p. 460
A. RECKNAGEL — Z. Physik. t. 104, 1937, p. 381
R. ORTHUBER — Z. Angew. Physik. t. 1, 1948, p. 79
- (2) G. HOTTENROTH — Ann. Physik. t. 30, 1937, p. 689
- (3) L. MAYER — J. Appl. Phys. t. 24, 1953, p. 105
- (4) H. MAHL et A. PENDZICH — Z. tech. Physik. t. 24, 1943, p. 38
- (5) D. WISKOTT — Optik. t. 13, 1956, p. 463
- (6) G. V. SPIVAK et Coll. — Kristollografia. t. 4, 1959, p. 121
- (7) H. BETHGE et Coll. — Exp. tech. Physik. t. 8, 1960, p. 49
- (8) G. BARTZ et Coll. — Proc. Inter. Conf. Elec. Micr. Lon. 1954, p. 395
- (9) L. MAYER — J. Appl. Phys. t. 26, 1955, p. 1228
- (10) L. MAYER — J. Appl. Phys. t. 28, 1957, p. 975
- (11) L. MAYER — J. Appl. Phys. t. 29, 1958, pp. 658, 1003, 1454
- (12) G. BARTZ et Coll. — Die Naturwissenschaften. t. 7, 1957, p. 229
- (13) M. BRICKA et H. BRUCK, Ann. Radioélec. t. 3, 1948, p. 339
- (14) A. SEPTIER — Ann. Radioélec. t. 9, 1954
- (15) A. SEPTIER — J. Phys. et Rad. t. 15, 1954, p. 573
- (16) J. VASTEL — Ann. Radioélec. t. 6, 1951, p. 84
- (17) A. RECKNAGEL, J. A.E.G. t. 9, 1952, p. 1
F. BERTEIN — J. Phys. et Rad. t. 14, 1953, p. 235

REMERCIEMENTS

Ce travail a été effectué au Laboratoire d'électronique et de radioélectricité à Fontenay-aux-Roses (Seine), de la Faculté des Sciences de Paris.

Je tiens tout d'abord à exprimer ma reconnaissance profonde à M. le Professeur P. GRIVET, qui, après avoir bien voulu m'accueillir dans son laboratoire, fut pour moi d'un inestimable soutien moral pendant toute la durée de mes travaux.

Je voudrais exprimer un témoignage spécial de ma gratitude à M. A. SEPTIER, Directeur de Recherches au C.N.R.S., dont les conseils et les suggestions me furent si précieux.

Je dois mon initiation à la technique de la microscopie électronique à M. R. ARNAL, Maître de Recherches. Qu'il veuille bien trouver ici l'expression de mes vifs remerciements.

Je remercie également tous ceux du Laboratoire qui m'ont aidé de près ou de loin dans mes recherches et plus particulièrement mon camarade M. PHAM-DINH-HOI pour sa participation dans la mise au point de cette rédaction.

Ce travail n'a pu être réalisé que grâce à l'appui financier du Gouvernement Français qui m'a accordé une bourse d'étude dans le cadre d'Aide Culturelle et Technique. Je prie le Ministère des Affaires Etrangères et le Ministère de l'Education Nationale de bien vouloir accepter mes remerciements très sincères.

SOMMAIRE

CHAPITRE I — Généralités	.. 1
1 — Les méthodes d'illumination de l'objet en microscopie électronique	.. 1
2 — Avantage du microscope électronique sur le microscope optique	.. 2
3 — Limite de résolution du microscope à transmission	.. 3
4 — Différentes méthodes actuelles d'obser- vation des surfaces métalliques	.. 4
CHAPITRE II — Microscope à miroir	.. 5
1 — Les travaux antérieurs	.. 5
2 — Principe du microscope à miroir	.. 5
3 — Pouvoir de résolution	.. 7
4 — Sur la formation de l'image	.. 9
5 — Le contraste de l'image	.. 10
6 — Applications	.. 11
CHAPITRE III — Dispositifs expérimentaux	.. 12
1 — Les deux possibilités de notre microscope	.. 12
2 — Le canon à électrons de chauffage (microscope à émission)	.. 12
a — Description	.. 12
b — Alimentation du canon	.. 13
c — Réglage du canon	.. 14
d — Fonctionnement en microscope à émission	.. 14
3 — Le canon à électrons d'illumination (microscope à miroir)	.. 15
a — Description	.. 15

b — Alimentation du canon	..	16
c — Réglage du canon	..	16
4 — Lentille condenseur et lentille projecteur	..	17
5 — L'écran fluorescent et les dispositifs d'observation de l'image	..	18
6 — Objectif à immersion	..	19
a — Généralités	..	20
b — Description de l'objectif réalisé	..	20
c — Principe de fonctionnement (en émission)	..	21
d — Pouvoir de résolution	..	23
7 — Les sources d'alimentation	..	23
a — Source d'alimentation du canon chauffage de l'objet	..	23
b — Source H.T. générale	..	23
c — Dispositifs de polarisation dans le cas du fonctionnement en miroir	..	24
8 — Banc de pompage	..	26
CHAPITRE IV — Résultats expérimentaux	..	27
1 — Préparation des échantillons	..	27
2 — Utilisation de l'objectif à immersion dans l'étude de surfaces métalliques — contrastes	..	27
3 — Marche d'une expérience en miroir	..	30
4 — Résultats obtenus avec le microscope à miroir	..	31
a — Observation d'un métal unique	..	31
b — Influence d'une différence de potentiel de contact entre deux métaux	..	32
5 — Conclusion	..	33

DEUXIÈME THÈSE

PROPOSITIONS DONNÉES PAR LA FACULTÉ

“OBTENTION DE CHAMPS MAGNÉTIQUES INTENSES A
L'AIDE DE BOBINES SUPRA-CONDUCTRICES”.

VU ET APPROUVÉ :

Paris, le 4 Juillet 1962
Le Doyen de la Faculté
des Sciences,
Marc ZAMANSKY

VU :

et Permis d'imprimer :
Le Recteur de l'Académie
de Paris,
Jean ROCHE

IMPRIMEUR

Sangam Press Private Limited,
POONA 2. INDE.

